

PROGRAMME

N° 529.

DES PRÉPARATIONS

CHIMIQUES ET PHARMACEUTIQUES

Effectuées dans le laboratoire de l'École supérieure de Pharmacie

DE MONTPELLIER

COMME ÉPREUVE PRATIQUE DES 3° ET 4° EXAMENS

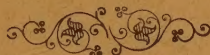
et dont la discussion publique aura lieu dans la séance du 17 mai 1893

PAR

Ferdinand MEYRIER

Né à St-Tropez (Var)

Pour obtenir le grade de Pharmacien de 1^{re} classe



MONTPELLIER

IMPRIMERIE SERRE ET RICOME, RUE VIEILLE-INTENDANCE, 5

1893

École Supérieure de Pharmacie de Montpellier.

PROFESSEURS

- MM. J. E. DIACON (I. P. ☉), DIRECTEUR. *Chimie générale.*
F. JEANJEAN (I. P. ☉)..... *Chimie analytique et Toxicologie.*
L. COURCHET (A. ☉)..... { *Histoire naturelle des médicaments.*
 Botanique.
N. *Physique*
N..... *Pharmacie.*
-

COURS COMPLÉMENTAIRES ET AUXILIAIRES

- MM. MASSOL, chargé du cours *Physique.*
GAY, agrégé, chargé du cours... *Pharmacie galénique.*
ASTRE, chargé du cours..... *Chimie minérale.*
IMBERT, chargé du cours..... *Minéralogie et Hydrologie.*
PLANCHON, chargé du cours .. *Matière médicale.*
GAY, agrégé *Organographie.*
ASTRE, agrégé..... *Pharmacie chimique.*
-

AGRÉGÉS

- MM. G. MASSOL (A. ☉).
F. GAY. (A. ☉).
C. ASTRE (A. ☉), chargé des fonctions.
-

Secrétaire: H. GOT (I. P. ☉)

Secrétaire honoraire: F.-J. BLAISE (I. P. ☉).

NOTA.—L'École de pharmacie n'accepte la responsabilité d'aucune des opinions émises par les candidats, dans les Thèses ou Synthèses qui lui sont présentées.

PROGRAMME

DES PRÉPARATIONS

CHIMIQUES ET PHARMACEUTIQUES

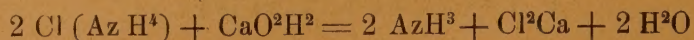
AMMONIAQUE PURE $\text{Az} \begin{array}{l} \text{---H} \\ \text{---H} \\ \text{---H} \end{array}$

Préparation. — Prenez: $\text{Cl (Az H}^4\text{) pulv.} \dots \dots \dots \left\{ \begin{array}{l} \text{aa} \\ \text{2000} \end{array} \right.$
 $\text{Ca O}^2\text{H}^2. \dots \dots \dots$

Mêlez rapidement. Le mélange est introduit dans une cornue de grès lutée, munie d'une allonge et d'un ballon communiquant avec 3 flacons de Wolf. Le premier flacon, destiné à laver le gaz Az H^3 , contiendra un peu de H^2O ; les deux suivants, de l'eau distillée. Lutez, chauffez peu à peu jusqu'à épuisement. On recueillera seulement le liquide du second flacon qui contiendra Az H^3 officinale marquant 22° B. ou de $\text{D} = 0,92$.

Les tubes qui amènent le gaz doivent plonger presque

jusqu'au fond des flacons; ceux-ci doivent être refroidis par un filet d'eau froide, parce que la dissolution du gaz élevant la température, l'eau ne se chargerait pas assez. Ils ne doivent être, au début, que remplis à moitié, le volume de la solution augmente beaucoup (codex).



On peut remplacer $\text{Cl (AzH}^4)$ par $\text{SO}^4 (\text{AzH}^4)^2$. Dans ce cas, on met dans le flacon laveur une dissolution de KOH.

Dans l'industrie, on soumet à la distillation avec CaO^2H^2 , les eaux ammoniacales résultant de la fermentation des urines et celles provenant de l'épuration du gaz de l'éclairage ou de la houille dans les fours.

Etat naturel. — En petites quantités dans l'air atmosphérique, surtout, à l'état de $\text{AzO}^3 (\text{AzH}^4)$, dans l'eau de pluie. L'eau de mer, un grand nombre d'eaux de source, le sol, contiennent des sels ammoniacaux.

On trouve des composés ammoniacaux dans le suc de certaines plantes, dans quelques liquides de l'économie, notamment dans l'urine et les excréments.

Impuretés. — Souvent colorée en jaune par des matières organiques; elle renferme aussi les sels que contenait l'eau qui a servi à sa préparation.

Essai. — Ne doit pas laisser de résidu lorsqu'on l'évapore sur une lame de Pt.

Traitée par AzO^3H en excès, ne doit pas se colorer en rouge (produits bitumineux) ni se troubler par AzO^3Ag (chlorures) et par Cl^3Ba (sulfates). Il ne doit pas donner de précipité par l'eau de chaux (carbonates).

Purification. — On chauffe légèrement la solution ammoniacale et on reçoit le gaz dans de l'eau distillée.

Propriétés physiques. — Liquide incolore, plus léger que H^2O , contenant 46 o/o de son poids de gaz AzH^3 à $+20^\circ$ et à la pression de 0,760. Elle a une odeur urineuse, forte, pénétrante, asphyxiante, une saveur âcre de lessive. Elle doit être maintenue dans des vases bien bouchés parce qu'elle perd à l'air de AzH^3 et absorbe du CO^2 .

La dissolution de AzH^3 chauffée perd tout son gaz avant d'avoir atteint la température de 70° . Exposée dans le vide, elle abandonne également tout le gaz qu'elle contenait.

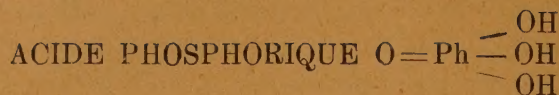
Propriétés basiques. — La dissolution ammoniacale verdit le sirop de violettes, ramène au bleu la teinture rouge de tournesol et neutralise les acides les plus énergiques. Cette dissolution dissout $ClAg$ et CuO .

Action physiologique. — C'est un excitant local qui peut, suivant la dose et la durée de son action, devenir un irritant ou un escharotique.

- Caractères.* —
1. Odeur caractéristique.
 2. Bleuit le papier rouge de tournesol humide.
 3. Précipite en blanc le sublimé corrosif.
 4. Précipite en blanc le réactif de Nessler.

Antidotes. — Boissons acidulées, limonades, potion huileuse, eau en grande quantité.

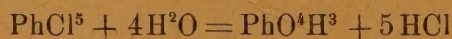
- Dosages.* —
- 1° Par la méthode alcalimétrique;
 - 2° Au moyen du chlorure de platine $PtCl^4$.



Préparation. — Ph. 1 partie.
 AzO³H de D = 1,42 6 —
 Eau distillée. . . 3 —

On introduit le mélange d'acide et d'eau dans une cornue tubulée dont le bec se continue par un ballon-récipient, muni d'un long tube de dégagement et dont la tubulure est fermée par un bouchon à l'émeri. On ajoute Ph par petits fragments et l'on chauffe complètement jusqu'à solution complète, on introduit alors de nouveau Ph. On réunit très souvent au liquide de la cornue le liquide distillé et on fait une nouvelle distillation ; quand le mélange épaissit, on le verse dans une capsule de platine et on le concentre jusqu'à ce qu'il ne perde plus de son poids. On ajoute au résidu la quantité d'eau nécessaire pour qu'il marque 1,45 au densimètre.

On peut encore l'obtenir en décomposant par H²O le PhCl⁵ ou PhOCl³.



État naturel. — Dans l'économie et dans la nature à l'état de phosphates. Liquide sirupeux, incolore, inodore, saveur très acide mais non désagréable, soluble H²O. Cristallise très lentement.

Falsifications et mélange. — Peut contenir : 1° PhO^3H^3 , odeur alliée, réduction du HgCl^2 , à l'état de Hg^2Cl^2 .

2° So^4H^2 saturer par Cl^2Ba , précipité incomplètement soluble dans AzO^3H .

3° AzO^3H en traitant par Cl^2Ba , AzO^3H reste en solution.

4° Sels calcaires par C^2O^4 (AzH^4)².

5° As saturer l'acide, faire passer H^2S qui précipitera à la longue le sulfure d'arsenic.

Contre-poisons. — Eau de chaux, lait de magnésie, émoullients.

Emploi en médecine. — Concentré, c'est un caustique puissant, il est moins irritant que les autres acides minéraux, et, de plus, ne coagule pas l'albumine. Comme tous les acides, on l'emploie comme tempérant.

Prescrit contre le typhus, le rachitisme, la gravelle phosphatique.

Posologie. — 0,2 à 3 gr. en limonade phosphorique à 20 %.

ACIDES	ALBUMINE	Az^3Ag	Cl^2Ba
Métaphosphorique .	coagule	précipité blanc sans neutralisation	précipité blanc sans neutralisation
Pyrophosphorique..	ne coagule pas	précipité blanc sans neutralisation	précipité blanc après neutralisation
Orthophosphorique..	ne coagule pas	précipité jaune après neutralisation	précipité blanc après neutralisation

Dosage. — Les principales méthodes de dosage sont :

1° A l'état de pyrophosphate de magnésie.

2° — de phosphate de bismuth.

3° — de phosphomolybdate de AzH^3 .

5° Avec solution titrée d'acétate d'urane.

ACÉTATE DE CUIVRE NEUTRE $(C^2H^3O^2)Cu + H^2O$

Préparation. — 1° En décomposant CO^2Cu par $C^2H^4O^2$ (cristaux de Venise).

2° En mêlant une dissolution d'eau chaude de $(C^2H^3O^2)Na$ et de SO^4Cu .

3° En traitant à chaud, par excès de vinaigre concentré, une solution saturée de SO^4Cu dans AzH^3 caustique.



Propriétés physiques. — On purifie par 2^{me} cristallisation et on sèche à une douce température.

Prismes rhomboïdaux, obliques, vert foncé, soluble dans 5 parties d'eau bouillante, très peu dans l'alcool. La solution aqueuse se décompose à l'ébullition; elle laisse déposer de l'acétate tribasique et dégage $C^2H^4O^2$.

A 100°, il n'est pas décomposé, la deshydratation commence à 110°, il s'altère à 140°.

Entre 240 et 260, il abandonne $C^2H^4O^2$ cristallisable et de l'acétone (CH^3COCH^3). A 330°, la décomposition est complète, il reste une poudre rougeâtre formée en grande partie par du Cu métallique.

Chauffée brusquement à l'air, il s'enflamme et brûle avec flamme verte.

Avec le sucre interverti, il précipite du Cu^2O rouge.

Action physiologique. — Styptique, vénéneux, propriétés analogues à celles du SO^4Cu , mais plus prononcées.

Essai.—Entièrement soluble dans AzH^3 , dans SO^4H^2 dilué avec l'aide de la chaleur; soluble dans 5 parties d'eau bouillante, HCl ne doit pas laisser plus de 5 % de résidu composé de Cu et de matières terreuses. Il contient 9 % d'eau et ne doit pas faire effervescence avec les acides.

CHLORURE DE CHROME ANHYDRE Cr^2Cl^6

On fait un mélange intime de Cr^2O^3 anhydre et de C pulvérisé, que l'on façonne sous forme de boulettes en le pétrissant avec de l'amidon, et, après calcination, pour transformer l'amidon en charbon, on place les boules poreuses ainsi obtenues dans un tube de grès que l'on chauffe au rouge. On fait passer alors un courant de Cl sec, il se produit ainsi un courant de CO^2 qui se dégage et du Cr^2Cl^6 qui se dépose en paillettes sur les parties froides du tube.

Paillettes brillantes, couleur fleur de pêcher, à peu près insoluble dans l'eau froide, se dissolvant très lentement dans l'eau bouillante lorsqu'il est pur, mais s'y dissolvant très rapidement si l'on y ajoute 1/10000 de CrCl^2 ou de SnCl^2 ou de Cu^2Cl^2 (M. Moberg). Le Cr^2Cl^6 , réduit par la vapeur du Na, donne du Cr métallique (M. Frémy).

POUDRE DE VIENNE

CAUSTIQUE DE VIENNE

Potasse caustique à la chaux.	50 gr.
Chaux fine.	60 —
	F. S. A.

Réduisez CaO en poudre très fine; pulvérisez, d'autre part, la KOH dans un mortier de fer échauffé; ajoutez la CaO , mélangez intimément et rapidement, et introduisez la poudre dans de petits flacons bien bouchés, que vous goudronnerez.

Quand on veut établir un cautère, on en fait une pâte molle avec Q. S. de $\text{C}^2\text{H}^5\text{OH}$ à 90° ; on place cette pâte sur la peau, de la même manière que la pierre à cautère.



C'est la première amide qui a été connue ; c'est une diamide découverte par M. Dumas en 1830. Ce chimiste l'obtenait en chauffant



La réaction est plus compliquée ; en réalité, il se forme en même temps CO, CO², H²O, AzH³, CO³ (AzH⁴)², CAz et C²O²Az²O⁴.

On le prépare ordinairement en versant à volumes égaux une dissolution de AzH³ sur un mélange d'alcool fort et d'éther oxalique.

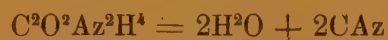
Le liquide se trouble aussitôt et dépose bientôt en abondance l'oxamide pulvérulent, incolore et cristallin. On laisse l'action se terminer pendant 2 heures, puis on lave à l'eau froide, qui ne dissout pas sensiblement l'oxamide. On la recueille sur un filtre et on dessèche à l'air.

En opérant au sein de H²O le mélange d'éther oxalique et de AzH³, la réaction se produit, mais plus lentement, à cause de la faible solubilité de l'éther dans les liqueurs aqueuses.

Au lieu d'employer l'éther oxalique, on peut traiter directement par AzH³ le produit brut de l'action de C²O⁴H² desséché sur C²H⁵OH, recueilli par simple distillation. L'excès

d'acide se trouve transformé en sel ammoniacal soluble que des lavages éliminent.

Propriétés. — L'oxamide est une poudre blanche cristalline légèrement soluble dans H^2O . Au contact prolongé de ce liquide, elle reproduit de $C^2O^4 (AzH^4)^2$. Avec KOH en ébullition, elle reprend de H^2O et forme $C^2O^4K^2$ avec dégagement de AzH^3 . Chauffée avec Ph^2O^5 , elle perd de H^2O et donne du CAz qui est un dinitrile.



CAz donne avec H^2O du $C^2O^2Az^2H^4$, puis $C^2O^4 (AzH^4)^2$.

TEINTURE DE COLCHIQUE

Semences de colchique . . .	100 gr.
Alcol à 60°	500 —
F. S. A.	

Les semences de colchique (*colchium autumnale*, Colchicacées) sont seules employées pour la préparation de la teinture. Le principe actif de ces semences est la colchicine. Houdé a démontré qu'elles en contiennent 3 o/o, tandis que les bulbes n'en contiennent que 0,4 o/o. La teneur en alcaloïdes est de 0,70 o/o pour la première teinture et seulement de 0,28 o/o pour la deuxième.

Propriétés. — Couleur jaune clair, saveur amère, pas d'odeur spéciale. $D. = 0,9252$ à $+15^{\circ}$. Evaporée dans le vide, elle abandonne 19 o/oo d'un extrait homogène jaune clair. A 100° , le résidu est de 1,66 o/o et de couleur rouge-brun.

SO^4H^2 et HCl la colorent en jaune-verdâtre.

AzO^3H , donne une coloration violacée.

Fe^2Cl^6 colore extrait et teinture en vert foncé.

Le réactif de Valsér et celui de Bouchardat précipitent la teinture.

H^2O commence à donner un trouble à partir de 1 c. c. pour 10 c. c. de teinture. Celle de bulbe ne trouble pas par H^2O .

KOH et AzH^3 font passer la coloration au jaune d'or. La liqueur de Fehling est légèrement réduite.

Au spectroscopie, le spectre est continu et normal.

A l'incinération, on a 0,128 o/o de cendres grises et déliquescentes.

Lorsque l'on traite la teinture de colchique selon la méthode de M. Gay, professeur à l'École de pharmacie de Montpellier, pour l'examiner au microscope, le dépôt qui se produit est surtout formé de faisceaux étoilés d'aiguilles, formant au fond du flacon, par leur juxtaposition, une pellicule épaisse et cassante.

Pharmacopées étrangères. — La pharmacopée belge donne la même formule que la nôtre.

En Espagne, on emploie les bulbes 1 pour 5 d'alcool à 80°.

Les autres pharmacopées se servent des semences :

En Suisse 1 pour 5 alcool à 70°.

En Autriche 1 — 10 — 68°.

En Hollande 1 — 10 — 70°.

Au Chili 1 — 10 — 60°.

Aux Etats-Unis, la proportion est de 1 à 6,7 avec alcool à 53°.

En Angleterre, elle est de 1 à 7,3 avec alcool à 57°.

En Allemagne, elle est de 1 à 4 o/o avec 69°

M. Domergue, professeur de pharmacie à l'Ecole de Marseille, est d'avis, étant donné la grande activité de cette préparation, de modifier la formule du codex et de la ranger parmi les teintures à 10 o/o.

(Extrait de la Thèse soutenue par M. Domergue devant l'Ecole de pharmacie de Paris, pour obtenir le grade de pharmacien supérieur).

La teinture de colchique doit son activité à la colchicine. Celle-ci, chauffée en présence de HCl, se change en colchicine.

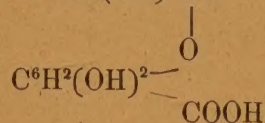
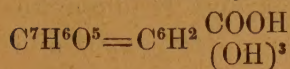
Action physiologique. — Les effets du colchique sont ceux

d'un purgatif drastique. On lui attribue cependant des propriétés antigoutteuses toutes spéciales (Frévée).

La colchicine est un poison qui agit avec lenteur, mais qui tue tous les animaux; les plus sensibles à son action sont les carnivores (M. Cauvet).

Posologie.— 10 à 40 gouttes par dose, 1 à 5 grammes par jour.

On l'obtient synthétiquement par action de PhOCl^3 sur



Propriétés. — Lames cristallines jaunâtres, très légères, inodores, saveur astringente, solubles dans H^2O et alcool, insolubles dans l'éther.

Chauffé vers 215° , le tannin donne du pyrogallol. Sa solution fermente à l'air et donne acide gallique. Par ébullition avec SO^4H^2 étendu, le tannin fixe de l'eau et donne acide gallique.

Le tannin est un acide, il rougit le tournesol, fait la double décomposition avec les bases et décompose les carbonates alcalins. Il forme avec toutes les bases, sauf les bases alcalines, des composés insolubles.

Distillé, il donne CO^2 et acide pyrogallique ($\text{C}^6\text{H}^6\text{O}^3$).

Falsifications et essai. — Son entière solubilité dans H^2O et dans l'alcool, sa complète absorption par les membranes animales, permettent de reconnaître s'il a été frauduleusement mêlé de substances étrangères.

Doses. — A l'intérieur, de 0,10 à 1 gr. sous différentes formes. En injections, collyres, gargarismes, de 1 à 2 gr. pour 50 à 300 gr. de véhicule.

Incompatibilités. — On ne doit l'associer ni aux alcaloïdes végétaux, ni aux sels métalliques, ni aux substances qui contiennent de l'albumine ou des mucilages.

Action physiologique. — Astringent énergique. Il augmente la sécrétion urinaire lorsque celle-ci est raréfiée par une congestion des reins. Ses propriétés toniques et astringentes le font employer dans les hémorrhagies, les écoulements, l'hydropisie.

On en a fait des crayons avec l'aide de gomme adragante et de mie de pain, contre les maladies de l'utérus.

C'est le contre-poison des alcaloïdes.

Dosage par le procédé de Pelouze, en traitant noix de galle 100 par mélange de 60 parties d'éther pur, 3 d'alcool à 90°, 1 d'eau distillée.

Selon l'action que les tannins exercent sur les sels ferriques, on les divise en trois groupes :

1° Ceux précipitant les sels ferriques en bleu-noir : noix de galle, écorce de chêne, sumac, bouleau, etc. ;

2° Ceux qui les précipitent en vert : tannin des quinquinas, du cachou, du kina, du thé, des pins et des sapins ;

3° En gris-verdâtre : tannin du ratanhia, de l'absinthe, de l'ortie.

Caractères. — Le tannin précipite les sels de $F^{2}O^{3}$ en bleu très foncé, presque noir. Il est sans action sur les sels ferreux. Il précipite l'albumine, la gélatine, l'émétique, les alcaloïdes végétaux.

FIN

Vu et permis d'imprimer
Montpellier, le 5 mai 1893.
le Directeur de l'Ecole,
J.-E. DIACON.

LISTE DES PRÉPARATIONS

Ammoniaque pure.

Acide phosphorique.

Acétate de cuivre neutre.

Chlorure de chrome anhydre.

Poudre de Vienne.

Oxamide.

Teinture de colchique.

Tannin.
